

**Способ анализа физических и/или химических
свойств поверхностного слоя твердого тела (варианты).**

Область техники

5

Изобретение относится к области анализа структуры
поверхностных и приповерхностных слоев твердых тел и их
физических и химических свойств с использованием
активирующих воздействий.

10

Предшествующий уровень техники

Поскольку структура поверхностного слоя твердого
тела существенно отличается от структуры твердого тела в
15 объеме и, практически, определяет его поведение в
различных средах и в поле различных сил, то сведения о
поверхностном слое твердого тела открывают путь к научно-
обоснованной модификации поверхности твердого тела с
целью получения материалов с желаемыми оптическими,
20 механическими, адгезионными, электрическими,
люминесцентными и другими свойствами, а также к
управлению многими важными в практическом отношении
процессами, такими как рост кристаллов, эпитаксиальное и
плазмохимическое выращивание слоев, катализ, создание
25 ультратонких пленочных покрытий методами Лэнгмюра-

Блодже и молекулярной самосборки, упрочнение материалов и др., позволяют на более высоком уровне проводить контроль качества поверхности (поверхностную дефектоскопию) промышленных изделий, что особенно
5 важно в таких областях как защитные покрытия, микро- и нано-электроника.

Известны способы анализа физических свойств твердого тела, а именно, температур и энергий активации фазовых и релаксационных переходов в исследуемом
10 материале посредством дифференциальной сканирующей калориметрии, см. В.А.Берштейн, В.М.Егоров, «Дифференциальная сканирующая калориметрия в физикохимии полимеров», Л., «Химия», Ленинградское отделение, 1990, стр.74-81, а также с помощью ядерного
15 магнитного резонанса, см. Я.Рабек, «Экспериментальные методы в химии полимеров», т.1, М., «Мир», 1983, стр.337.

Недостатком этих способов является то, что с их помощью получают информацию, относящуюся ко всему объему исследуемого образца и не отражающую в
20 необходимой степени специфику его поверхностного слоя.

Известен способ анализа физических свойств поверхностного слоя твердого тела, в частности, определения температур и энергий активации фазовых и релаксационных переходов, включающий бомбардировку
25 поверхности первичными пучками нейтральных атомов,

и/или электронов, и/или ионов, и/или фотонов, и/или рентгеновских лучей, и регистрацию вторичных пучков тех же самых заряженных частиц, см., например, А.Гзандерна «Методы анализа поверхности», М., «Мир», 1979, с.с. 63-64, 5 76-77, 83-84, 88-89 (копия ссылки прилагается).

Данный способ принят за прототип настоящего изобретения согласно варианту по первому пункту формулы изобретения.

При зондировании (бомбардировке) поверхностного 10 слоя твердого тела происходит эмиссия заряженных частиц (электронов, ионов), нейтральных частиц (атомов, молекул), фотонов. Исследование поверхностного слоя твердого тела осуществляют при его непрерывной бомбардировке, при этом регистрируют исходящие указанные выше частицы с 15 учетом их количества, энергетического и пространственного (углов выхода) распределения. Однако, указанный способ, при котором осуществляется постоянная и непрерывная бомбардировка поверхности, обуславливает нежелательное изменение (модификацию) исследуемого поверхностного 20 слоя. Кроме того, поскольку исследования происходят, как правило, при фиксированном значении температуры твердого тела, никакой информации о температурах и энергиях фазовых и релаксационных переходов в поверхностном слое с помощью рассматриваемого способа 25 нельзя; если же исследования производятся при нескольких

значениях температуры образца, то происходит, многократная бомбардировка его поверхностного слоя, что приводит к его недопустимым изменениям и, соответственно, недостоверным параметрам переходов.

5 Известен способ анализа физических свойств поверхностного слоя твердого тела, включающий воздействие на поверхностный слой твердого тела низкотемпературной плазмой (НТП) с последующей дезактивацией поверхностного слоя и регистрацией спектра
10 термолюминесценции; НТП, используемая в этом способе возбуждается немодулированным полем частоты 40,68 МГц и имеет давление плазмообразующего газа 0,1 мБар, продолжительность воздействия составляет от 10 с до 9 мин, см. А.А.Kalachev, etc., «Plasma-induced thermoluminescence -
15 a new method of investigating supramolecular architectures and temperature transitions in polymers and other solid surfaces», Applied Surface Science 70/71 (1993), p.p.295-298 (копия прилагается).

Это техническое решение принято за прототип
20 варианта способа по третьему пункту формулы изобретения.

Недостатком указанного способа является модифицирующее воздействие НТП с указанными выше параметрами на поверхностный слой исследуемого образца, что обуславливает недостаточно достоверную информацию
25 о физических и химических свойствах этого слоя. В первую

очередь это обусловлено жесткими условиями плазмы, использованными в прототипе, а именно высоким давлением плазмообразующего газа (0,1 мБар) и длительным (10 сек и больше) воздействием плазмы на поверхность. Оба фактора приводят в чрезмерному разогреву поверхностного слоя и гибели возникающих активных состояний уже в ходе обработки. Например, как видно из рис. 4 прототипа, интенсивность люминесценции, как правило, падает с увеличением времени обработки. Кроме того, упомянутые жесткие условия воздействия приводят к другим физико-химическим изменениям в анализируемом поверхностном слое.

Кроме того, в режиме изотермической люминесценции (см. fig.3 статьи A.A.Kalachev, etc.) полученные согласно известному способу кривые, иллюстрирующие зависимость (спад) термолюминесценции от времени с момента прекращения воздействия НТП на исследуемый образец, не имеют каких-либо характерных особенностей; поэтому в данном способе за этот период времени какая-либо полезная информация о структуре поверхности или поверхностных физико-химических процессах не получена. Указанные кривые используют только как средство для определения момента для начала дезактивации поверхностного слоя твердого тела путем нагрева.

Раскрытие изобретения.

В основу настоящего изобретения положено решение
5 задачи уменьшения модифицирующего воздействия
активирующего излучения на поверхностный слой твердого
тела, повышение информативности и точности измерений.

Согласно изобретению по первому варианту в способе
анализа физических и/или химических свойств
10 поверхностного слоя твердого тела, включающем
воздействие на поверхностный слой твердого тела
излучением в виде атомарного пучка и/или электронного
пучка, и/или молекулярного пучка, и/или ионного пучка,
и/или фотонного пучка и/или их комбинации, дезактивацию
15 поверхностного слоя и регистрацию спектра испускаемых
поверхностным слоем квантов энергии, воздействие на
поверхностный слой производят единичным импульсом
излучения, а дезактивацию поверхностного слоя твердого
тела осуществляют по окончании воздействия на него
20 излучением путем выдержки твердого тела при постоянной
температуре и последующего нагрева, при этом спектр
испускаемых поверхностным слоем твердого тела квантов
энергии регистрируют в процессе дезактивации
поверхностного слоя, так что зарегистрированный при
25 постоянной температуре спектр испускаемых квантов

энергии дает информацию о слабосвязанных состояниях
поверхностного слоя и времени полураспада этих
состояний, а зарегистрированный при нагреве спектр
термолюминесценции позволяет судить о температурах
5 фазовых и релаксационных переходов в поверхностном
слое; в варианте по п. 2 формулы изобретения импульс
излучения, действующий на исследуемую поверхность,
имеет мощность от 10^{-5} до 10^{-3} Вт/см².

Реализация отличительных признаков первого
10 варианта способа обуславливает появление у объекта
важного нового свойства - исключение необходимости
эмитирования исследуемым поверхностным слоем образца
атомов, электронов, ионов и т.д., т.е. тех частиц, которыми
осуществляют постоянную бомбардировку поверхностного
15 слоя твердого тела в течение всего времени регистрации
элементарных частиц. Благодаря воздействию на
поверхностный слой твердого тела единичным импульсом
излучения малой мощности, последующей дезактивации
поверхностного слоя и регистрации испускаемых квантов
20 энергии (световой) после окончания бомбардировки
поверхностного слоя значительно снижается
модифицирующее воздействие излучения, повышается
точность и достоверность результатов измерений.

Согласно изобретению по второму варианту способа
25 (п.3 формулы изобретения) в способе анализа физических

и/или химических свойств поверхностного слоя твердого тела, включающем воздействие на поверхностный слой твердого тела низкотемпературной плазмой с последующей дезактивацией поверхностного слоя и регистрацией спектра термолюминесценции, используют низкотемпературную плазму с давлением плазмообразующего газа от 0,04 до 0,08 мБар в течение от 0,05 до 5 с, регистрируют спектры излучения при постоянной температуре образца и по кривым, иллюстрирующим спад изотермической люминесценции с момента прекращения воздействия низкотемпературной плазмы на образец, получают дополнительную информацию о физико-химических реакциях в поверхностном слое твердого тела. При реализации второго варианта способа предпочтительно использование плазмы с вкладываемой в объем мощностью от 10^{-5} до 10^{-3} Вт/см³.

Наряду с немодулированным высокочастотным полем (10^6 - 10^{12} Гц), возбуждающим плазму, в способе по данному изобретению могут быть использованы разряды постоянного тока, низкочастотные разряды (1 - 10^5 Гц) и высокочастотные разряды модулированные низкой частотой. Могут использоваться также импульсные разряды с продолжительностями импульса и промежутка между импульсами в диапазоне 10^{-6} - 10^2 сек. Кроме того, в способе по данному изобретению предусмотрена возможность

изменения потенциала между держателем образца и плазмой.

Различные типы плазм приводят к различным плотностям возникающих люминесцентных поверхностных центров, к варьированию типов этих центров и их распределения по глубине поверхностного слоя, т.е. использование указанных различных типов разрядов или любых их комбинаций расширяет возможности технологии и позволяет расширить класс анализируемых объектов.

10 Реализация отличительных признаков второго варианта способа обеспечивает существенное снижение модифицирующего воздействия НТП на поверхностный слой твердого тела. Кроме того, при предложенном снижении давления плазмообразующего газа, и
15 одновременно с этим уменьшении экспозиции поверхностного слоя образца неожиданно возник новый, довольно парадоксальный эффект, который состоит в том, что в режиме изотермической люминесценции кривые, иллюстрирующие ее спад с момента прекращения
20 воздействия НТП на образец, приобретают характерные особенности, дающие информацию о физико-химических реакциях в поверхностном слое твердого тела, которая не могла быть получена при параметрах НТП, использованных в прототипе.

Заявителем не выявлены источники, содержащие информацию о технических решениях, идентичных настоящему изобретению, что позволяет сделать вывод о его соответствии критерию «новизна» (N).

5 Заявителем не обнаружены какие-либо источники информации, содержащие сведения о влиянии заявленных отличительных признаков на достигаемый вследствие их реализации технический результат. Это, по мнению заявителя, свидетельствует о соответствии данного
10 технического решения критерию «изобретательский уровень» (IS).

Краткое описание чертежей

15 Заявленный способ (варианты) иллюстрируется чертежами, на которых изображено:
на фиг. 1 - блок-схема устройства для реализации данного способа;
на фиг. 2 - спектр испускаемых поверхностным слоем
20 образца квантов света при постоянной температуре после воздействия атомарного пучка (пример 1);
на фиг. 3 - спектр при воздействии атомарного пучка при нагреве (пример 1);

- на фиг. 4 - спектр испускаемых поверхностным слоем образца квантов света при постоянной температуре после воздействия атомарного пучка (пример 2);
- на фиг. 5 - спектр при воздействии атомарного пучка при
5 нагреве (пример 2);
- на фиг. 6 - спектр испускаемых поверхностным слоем образца квантов света при постоянной температуре после воздействия электронного пучка (пример 3);
- на фиг. 7 - спектр при воздействии электронного пучка при
10 нагреве (пример 3);
- на фиг. 8 - спектр испускаемых поверхностным слоем образца квантов света при постоянной температуре после воздействия молекулярного пучка (пример 3);
- на фиг.9 - спектр при воздействии молекулярного пучка при
15 нагреве (пример 3);
- на фиг.10 - спектр испускаемых поверхностным слоем образца квантов света при постоянной температуре после воздействия ионного пучка (пример 3);
- на фиг.11 - спектр при воздействии ионного пучка при
20 нагреве (пример 3);
- на фиг.12 - спектр испускаемых поверхностным слоем образца квантов света при постоянной температуре после воздействия фотонного пучка (пример 3);
- на фиг.13 - спектр при воздействии фотонного пучка при
25 нагреве (пример 3);

- на фиг.14 - спектр испускаемых поверхностным слоем образца квантов света при нагреве после последовательного воздействия атомарного, электронного, молекулярного, ионного и фотонного пучков (пример 4);
- 5 на фиг.15 - спектр испускаемых поверхностным слоем образца квантов света при нагреве после последовательного воздействия электронного, молекулярного и ионного пучков (пример 5);
- на фиг.16 - спектр испускаемых поверхностным слоем
- 10 образца квантов света при нагреве после последовательного воздействия электронного, фотонного и ионного пучков (пример 6);
- на фиг.17 - спектр испускаемых поверхностным слоем образца квантов света при нагреве после последовательного
- 15 воздействия атомарного и ионного пучков (пример 7);
- на фиг.18 - спектр испускаемых поверхностным слоем образца квантов света при постоянной температуре после воздействия НТП (пример 8);
- на фиг.19 - спектр при воздействии НТП при нагреве
- 20 (пример 8);
- на фиг.20 - спектр при облучении образца по примеру 8 НТП с параметрами, описанными в прототипе;
- на фиг.21 - спектр испускаемых поверхностным слоем образца квантов света при постоянной температуре после
- 25 воздействия НТП (пример 9);

на фиг.22 - спектр при воздействии НТП при нагреве (пример 9).

Лучший вариант осуществления изобретения

5

Для реализации способа в конкретном примере служит устройство, которое включает вакуумную камеру 1, выполненную из нержавеющей стали, снабженную оптическим окном 2, выполненным из оптического кварца. В
10 вакуумной камере 1 расположен держатель образца, выполненный в виде емкости 3 из меди. На ее наружной поверхности закреплен исследуемый образец 4 твердого тела. В конкретном примере образец 4 закреплен с помощью пружинных колец (на чертеже не показаны). Емкость 3
15 закрыта крышкой 5 с отверстием 6 для подачи хладагента, в частности, жидкого азота. Внутри емкости 3 размещен нагреватель 7, а на ее наружной поверхности установлена хромель-алюмелевая термопара 8. Устройство также
20 включает генератор 9, излучающий электромагнитные колебания с частотой 16МГц. Электрод 10 генератора 9 расположен в вакуумной камере 1. Инициатор 11 электрического разряда представляет собой высоковольтный трансформатор; при замыкании-размыкании первичной обмотки он выдает со вторичной обмотки импульсы
25 напряжением 20 кВ, которые подаются на электрод 12,

расположенный в вакуумной камере 1. Длительность электрического разряда задается с помощью таймера (на чертеже не показан). Датчик 13 низкого вакуума типа «баротрон» размещен на наружной поверхности вакуумной камеры 1 и сообщается с ее полостью. Вакуумная камера 1 5 снабжена магистралью 14 для создания в ней вакуума до $1 \cdot 10^{-7}$ мм.рт.ст., а также магистралью 15 для подачи газов в вакуумную камеру. В конкретном примере использован водород, но возможно использование кислорода, азота, 10 инертных газов и др. Устройство содержит средство регистрации получаемой информации, которое включает компьютер 16 с монитором и блок 17 сопряжения компьютера 16 с шиной 18 сбора данных. Блок 17 содержит аналого-цифровой преобразователь типа AD-7858, 15 микропроцессор AD8080 и источник питающих напряжений для элементов устройства, которые подаются на шину 19. На шину 19 подаются через блок 17 команды управления от компьютера 16.

Устройство содержит блок 20 формирования атомарного и/или молекулярного, и/или ионного, и/или 20 электронного, и/или фотонного пучков. Блок 20 содержит атомизатор с элементом формирования узконаправленного пучка, в виде совокупности капилляров с диаметром 20 мкм, систему формирования молекулярного пучка, включающую 25 магистраль 21 для подачи газа и элемент в виде

совокупности капилляров такого же диаметра, ионную пушку, электронную пушку и ртутную лампу типа ДРШ-100 для формирования фотонного пучка. Блок 20 содержит средство для создания единичных импульсов указанных

5 пучков: клапаны, запирающие электроды и т.п. Выходная магистраль 22 блока 20 выведена в вакуумную камеру 1. Устройство в рассматриваемом частном случае, иллюстрирующем реализацию способа, также снабжено средством анализа по длинам волн квантов света,

10 излучаемых поверхностным слоем образца 4, которое содержит монохроматор 23 типа МДР-3, к выходу которого подключен фотоумножитель 24 типа ФЭУ-68 (вместо монохроматора в частных случаях можно использовать светофильтры). Монохроматор 23 сопряжен с оптическим

15 окном 2, которое имеет со стороны вакуумной камеры 1 экран 25 для отсечения излучения из вакуумной камеры, которое могло бы вызвать люминесценцию материала окна 2 или нарушение функций детектора в ходе активационной обработки (например, «ослепление» ФЭУ). Кроме того,

20 устройство снабжено датчиком 26 высокого вакуума типа ПМИ-2, установленным на наружной поверхности вакуумной камеры 1 и сообщаемым с ее полостью. Устройство также содержит дополнительную емкость 27 для хладагента, снабженную крышкой 28 с отверстием 29 для

подачи хладагента. Емкость 27 установлена внутри вакуумной камеры 1.

Способ по пункту 1 формулы изобретения реализуют следующим образом.

- 5 Образец 4 закрепляют на держателе образца в виде емкости 3 и помещают в вакуумную камеру 1; из вакуумной камеры 1 откачивают воздух через магистраль 14 до остаточного давления в вакуумной камере не более, чем $1 \cdot 10^{-7}$ мм.рт.ст. Давление контролируется датчиком 26
- 10 высокого вакуума. Затем дополнительная емкость 27 заполняется хладагентом, при этом на ее поверхности адсорбируются остаточные газы и пары воды. При помощи экрана 25 оптическое окно 2 отсекают от излучения из вакуумной камеры. Затем, из компьютера 16 через блок 17
- 15 по шине 19 подают необходимые команды на блок 20 формирования атомарного и/или молекулярного, и/или ионного, и/или электронного, и/или фотонного пучков и производят воздействие на поверхностный слой образца
- единичным импульсом какого-либо пучка, либо
- 20 последовательно единичными импульсами различных пучков. Для создания атомарного и молекулярного пучков по магистрали 21 в блок 20 формирования пучков подают газ, в конкретном примере водород. Суммарная мощность излучения на единицу площади исследуемой поверхности
- 25 находится в пределах от 10^{-5} до 10^{-3} Вт/см². По окончании

воздействия излучением твердое тело выдерживают при постоянной температуре и записывают спектр испускаемых поверхностным слоем твердого тела квантов энергии, в частности, света. Для записи и анализа квантов по длинам волн используют монохроматор 23 и фотоумножитель 24, выходной сигнал которого поступает на шину 18 сбора данных и далее через блок 17 в компьютер 16. Затем в конкретном примере производят нагрев образца 4 нагревателем 7, осуществляя контроль температуры образца термпарой 8; возможно в частных случаях использование других средств контроля температуры. Сигналы с термпары 8 и от фотоумножителя 24 поступают на шину 18 сбора данных и через блок 17 в память компьютера 16 для последующей обработки.

В примере 1 исследовалось воздействие на поверхностный слой полиэтилена низкого давления марки MOPLIN ($M_w=114000$), закристаллизованного при температуре, близкой к температуре плавления, излучения в виде единичного импульса атомарного пучка водорода. Мощность излучения, действовавшая на единицу площади исследуемой поверхности, составила $2 \cdot 10^{-5}$ Вт/см². Зарегистрированный спектр испускаемых поверхностным слоем полиэтилена квантов энергии при постоянной температуре отображается графиком на фиг.2. На графике видны два максимума, которые дают информацию о

слабосвязанных состояниях поверхностного слоя данного материала и времени полураспада этих состояний. При нагреве материала регистрировался спектр термолюминесценции (фиг.3). Положение максимумов на графике позволяет судить о температурах фазовых и релаксационных переходов в поверхностном слое исследуемого образца.

В примере 2 исследовался образец из закаленного полиэтилена той же марки при тех же условиях, что и в примере 1. Спектры испускаемых поверхностным слоем квантов света отображены на фиг.4 (при постоянной температуре) и на фиг.5 (в процессе нагрева).

Сопоставление спектров испускаемых квантов света одним и тем же материалом, но приготовленным различным образом, позволяет выявить существенную разницу в свойствах поверхностного слоя материала.

В примере 3 исследовался закаленный образец из полиэтилена марки MOPLN ($M_w=114000$). Осуществлялось последовательно воздействие на поверхностный слой образца единичными импульсами следующих пучков: электронного, молекулярного, ионного, фотонного; соответственно, последовательно регистрировались спектры испускаемых квантов света как при постоянной температуре, так и в процессе нагрева (фиг. 6 и 7, 8 и 9, 10 и 11, 12 и 13, соответственно). Суммарная мощность излучения на

единицу поверхности четырех указанных выше единичных импульсов составила 10^{-3} Вт/см². Каждый вид излучения возмущает определенные, специфические для него состояния поверхностного слоя образца; это позволяет более
 5 полно и точно судить о различных физических и химических свойствах поверхностного слоя (температурах фазовых и релаксационных переходов, энергиях активации этих переходов, временах полураспада слабосвязанных поверхностных состояний, протекании поверхностных
 10 химических реакций и их порядке, и т.д.)

Для этого используются известные зависимости, позволяющие осуществить переход от спектров излучения квантов света к свойствам поверхностного слоя твердого тела. Например, наиболее важный параметр - энергию
 15 активации релаксационного перехода (E_p) можно находить из соотношения:

$$E_p = \frac{RT_{\max}^2}{T' - T_{\max}}$$

где R - газовая постоянная,

T' - температура высокотемпературной стороны
 20 максимума, где интенсивность люминесценции падает вдвое.

T_{\max} - температура высокотемпературной стороны максимума, где интенсивность люминесценции

максимальна.

Порядок химической реакции, вызывающей изотермическую люминесценцию, определяют путем преобразования спектров, соответствующих испусканию
5 квантов света при постоянной температуре в системе координат: $\ln I - t$, где I - интенсивность люминесценции, t - время, а также в системе координат: $I - 1/t^2$. Если зависимость линейная в первом случае, то химическая реакция имеет первый порядок (распад). Если зависимость
10 линейная во втором случае, то химическая реакция имеет второй порядок (рекомбинация).

В примере 4 исследовалось суммарное воздействие последовательного облучения единичными импульсами атомарного, электронного, молекулярного, ионного и
15 фотонного пучков на поверхностный слой полиэтилена низкого давления марки MOPLEN ($M_w=114000$), закристаллизованного при температуре, близкой к температуре плавления. Суммарная мощность излучения на единицу поверхности образца составила $5 \cdot 10^{-5}$ Вт/см². При
20 нагреве материала регистрировался спектр термолюминесценции (фиг.14). Спектр содержит множественные пики, которые позволяют судить о температурах и энергиях релаксации фазовых и релаксационных переходов. Он отличается от спектров
25 термолюминесценции, зарегистрированных при воздействии

на такой же образец, единичных импульсов отдельных излучений. Каждый вид облучения возмущает определенные специфические для него состояния поверхностного слоя образца. Состояния, уже предварительно возбужденные
5 каким-то одним облучением, иначе реагируют на воздействие другого облучения, что позволяет делать выводы о поведении поверхностного слоя в случае комбинированного воздействия, что часто реализуется при использовании высоких технологий.

10 В примере 5 исследовалось суммарное воздействие последовательного облучения единичными импульсами электронного, молекулярного и ионного пучков на поверхностный слой таким же образом приготовленного образца полиэтилена низкого давления марки MOPLEN
15 ($M_w=114000$). Суммарная мощность излучения на единицу поверхности образца составила $3,7 \cdot 10^{-5}$ Вт/см². При нагреве материала регистрировался спектр термолюминесценции (фиг.15).

В примере 6 исследовалось суммарное воздействие
20 последовательного облучения единичными импульсами электронного, фотонного и ионного пучков на поверхностный слой таким же образом приготовленного образца полиэтилена низкого давления марки MOPLEN ($M_w=114000$). Суммарная мощность излучения на единицу
25 поверхности образца составила $3,2 \cdot 10^{-5}$ Вт/см². При нагреве

материала регистрировался спектр термолюминесценции (фиг.16).

В примере 7 исследовалось суммарное воздействие последовательного облучения единичными импульсами атомарного и ионного пучков на поверхностный слой таким же образом приготовленного образца полиэтилена низкого давления марки MOPLEN ($M_w=114000$). Суммарная мощность излучения на единицу поверхности образца составила $2,5 \cdot 10^{-5}$ Вт/см². При нагреве материала регистрировался спектр термолюминесценции (фиг.17).

Сравнение спектров термолюминесценции, зарегистрированных от образцов, приготовленных в одинаковых условиях, но подвергнутых воздействию последовательным облучением единичными импульсами электронного, фотонного, молекулярного, атомарного и ионного пучков в различных комбинациях, позволяет сделать вывод о характере возбуждения поверхностных состояний в каждом примере. По положению пиков оценивают температуры и энергетические характеристики фазовых и релаксационных переходов, происходящих при размораживании подвижности возбужденной поверхности.

Способ по пункту 3 формулы изобретения (второй вариант) осуществляют следующим образом.

Образец 4 закрепляют на держателе образца в виде емкости 3 и помещают в вакуумную камеру 1; из вакуумной

камеры 1 откачивают воздух через магистраль 14 до остаточного давления в вакуумной камере не более, чем $1 \cdot 10^{-7}$ мм.рт.ст. Давление контролируется датчиком 26 высокого вакуума. Затем дополнительная емкость 27 заполняется хладагентом, при этом на ее поверхности адсорбируются остаточные газы и пары воды. Затем, по магистрали 15 в камеру 1 подают газ (водород) до давления в камере 1 - 0,1 мм.рт.ст. Давление в камере 1 контролируется датчиком 13 низкого вакуума. Включают генератор 9, снабженный электродом 10, а также инициатор 11 электрического разряда, снабженный электродом 12, после зажигания разряда в камере инициатор 11 выключается, а генератор 9 поддерживает разряд в течение заданного с помощью таймера времени в пределах от 0,05 сек до 5 сек с давлением плазмообразующего газа от 0,04 до 0,08 мБар. Записывают спектр испускаемых поверхностным слоем образца квантов энергии (света) при постоянной температуре. Для записи спектров используют монохроматор 23 и фотоумножитель 24, сигнал от которого поступает на шину 18 сбора данных, далее через блок 17 в компьютер 16. Затем производят нагрев образца 4 нагревателем 7 с контролем температуры образца термопарой 8. Сигналы с термопары 8 и от фотоумножителя 24 поступают на шину 18 сбора данных и через блок 17 сопряжения в память компьютера 16 для последующей обработки.

В примере 8 исследовалось воздействие НТП на поверхностный слой люминофора марки K11. Использована НТП с давлением плазмообразующего газа 0,04 мБар с вкладываемой в ее объем мощностью $2 \cdot 10^{-5}$ Вт/см³ в течение 0,05 сек. Регистрировались спектры излучения квантов света при постоянной температуре образца (фиг.18) и в режиме термолюминесценции (фиг.19). Методы обработки спектров те же самые, что и в вышеуказанных примерах. Отмечено минимальное модифицирующее воздействие излучения на поверхностный слой образца. Параметры НТП обусловили появление явно выраженной особенности спектра уже в самом начале регистрации люминесценции при постоянной температуре, что не наблюдалось при облучении образца того же самого материала (в порядке контроля) НТП с параметрами, описанными в прототипе (фиг.20).

В примере 9 использована НТП с давлением плазмообразующего газа 0,06 мБар в течение 4,5 сек. Облучался образец из полиэтилена марки MOPLEN ($M_w=114000$), закристаллизованного при температуре близкой к температуре плавления. Спектр излучения квантов света при постоянной температуре приведен на фиг.21, при нагреве - на фиг.22.

Промышленная применимость

Предложенный способ (варианты) осуществляется с помощью оборудования, изготавливаемого в заводских условиях с использованием известных материалов и комплектующих изделий. По мнению заявителя, 5 изобретение соответствует критерию «промышленная применимость» (IA).

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ анализа физических и/или химических
5 свойств поверхностного слоя твердого тела, включающий
воздействие на поверхностный слой твердого тела
излучением в виде атомарного пучка и/или электронного
пучка, и/или молекулярного пучка, и/или ионного пучка,
и/или фотонного пучка и/или их комбинации, дезактивацию
10 поверхностного слоя и регистрацию спектра испускаемых
поверхностным слоем квантов энергии, отличающийся
тем, что воздействие на поверхностный слой производят
единичным импульсом излучения, а дезактивацию
поверхностного слоя твердого тела осуществляют по
15 окончании воздействия на него излучением путем выдержки
твердого тела при постоянной температуре и последующего
нагрева, при этом спектр испускаемых поверхностным
слоем твердого тела квантов энергии регистрируют в
процессе дезактивации поверхностного слоя, так что
20 зарегистрированный при постоянной температуре спектр
испускаемых квантов энергии дает информацию о
слабосвязанных состояниях поверхностного слоя и времени
полураспада этих состояний, а зарегистрированный при
нагреве спектр термолюминесценции позволяет судить о

температурах фазовых и релаксационных переходов в поверхностном слое.

2. Способ по п.1., отличающийся тем, что импульс излучения, действующий на исследуемую
5 поверхность, имеет мощность от 10^{-5} до 10^{-3} Вт/см².

3. Способ анализа физических и/или химических свойств поверхностного слоя твердого тела, включающий воздействие на поверхностный слой твердого тела низкотемпературной плазмой с последующей дезактивацией
10 поверхностного слоя и регистрацией спектра термолюминесценции, отличающийся тем, что используют низкотемпературную плазму с давлением плазмообразующего газа от 0,04 до 0,08 мБар в течение от 0,05 до 5 с, регистрируют спектры излучения при
15 постоянной температуре образца и по кривым, иллюстрирующим спад изотермической люминесценции с момента прекращения воздействия низкотемпературной плазмы на образец, получают дополнительную информацию о физико-химических реакциях в поверхностном слое
20 твердого тела.

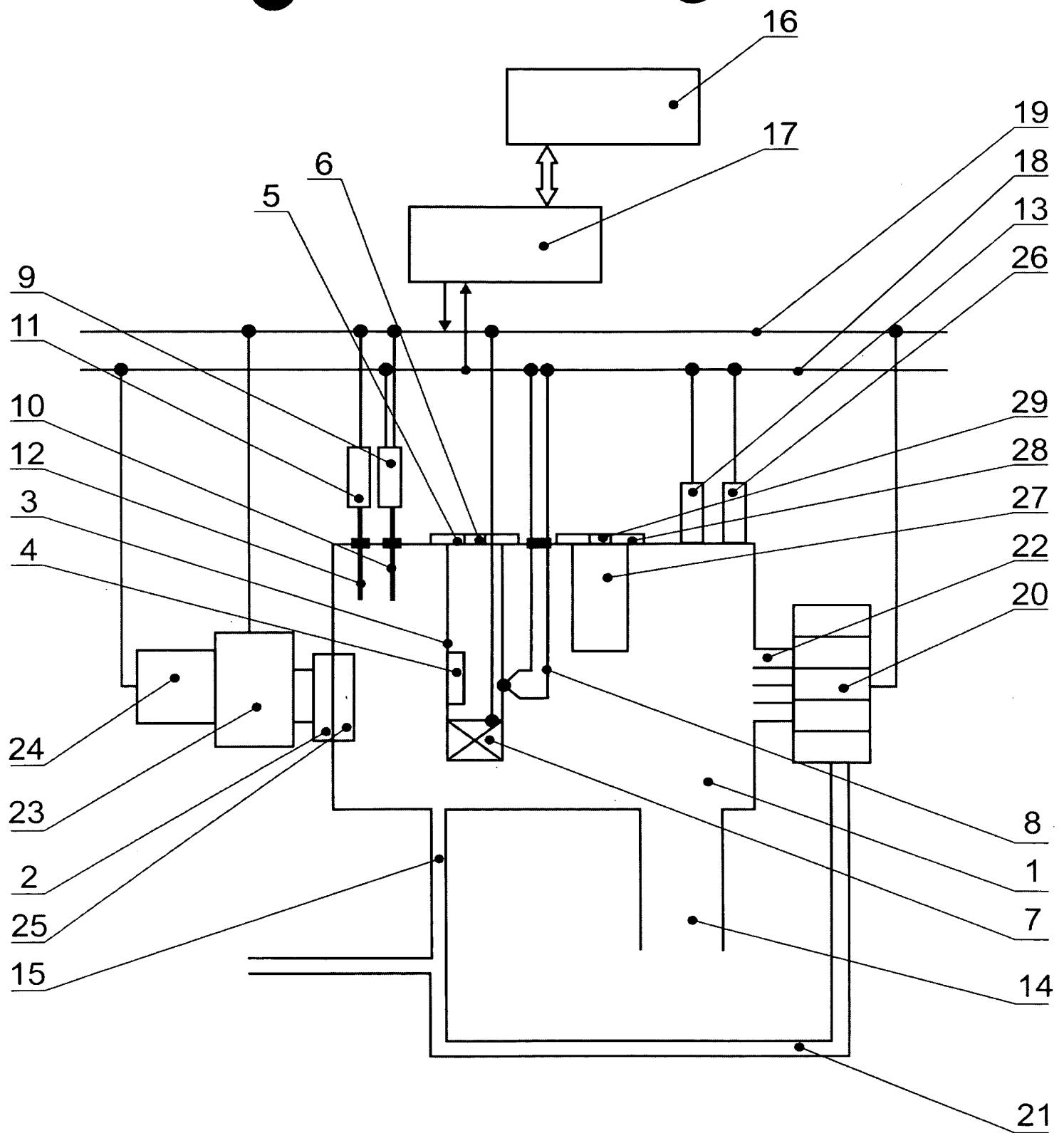
РЕФЕРАТ

В способе анализа физических и/или химических свойств поверхностного слоя твердого тела по п.1
5 воздействие на поверхностный слой производят единичным импульсом излучения, а дезактивацию поверхностного слоя твердого тела осуществляют по окончании воздействия на него излучением путем выдержки твердого тела при постоянной температуре и последующего нагрева, при этом
10 спектр испускаемых поверхностным слоем твердого тела квантов энергии регистрируют в процессе дезактивации поверхностного слоя, так что зарегистрированный при постоянной температуре спектр испускаемых квантов энергии дает информацию о слабосвязанных состояниях
15 поверхностного слоя и времени полураспада этих состояний, а зарегистрированный при нагреве спектр термолюминесценции позволяет судить о температурах фазовых и релаксационных переходов в поверхностном слое; импульс излучения, действующий на исследуемую
20 поверхность, имеет мощность от 10^{-5} до 10^{-3} Вт/см².

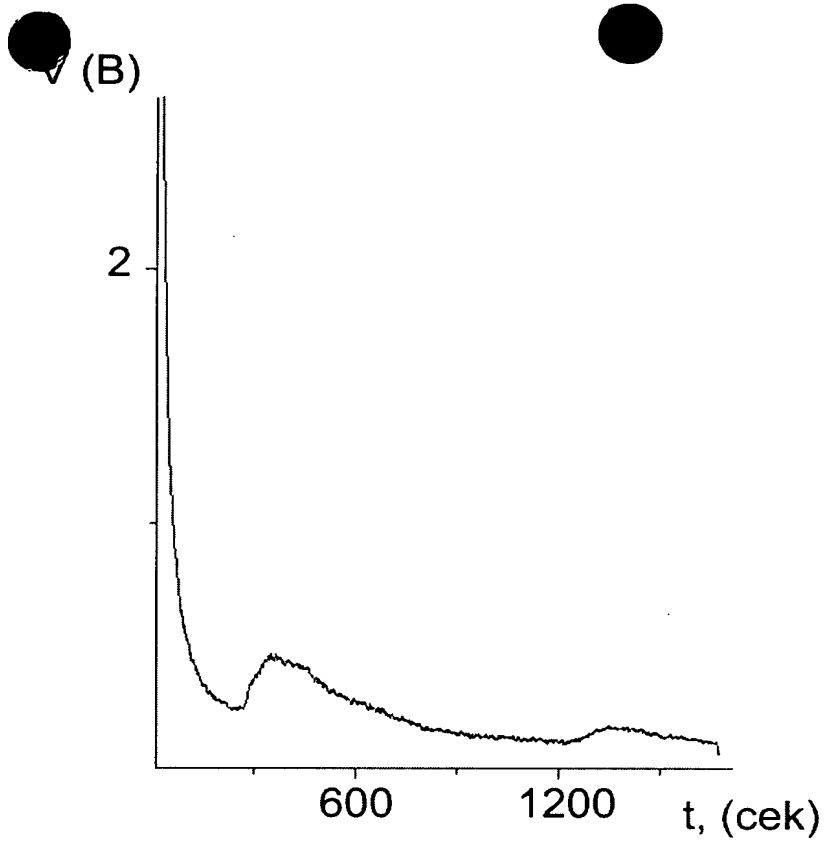
В способе анализа физических и/или химических свойств поверхностного слоя твердого тела по п.2 используют низкотемпературную плазму с давлением плазмообразующего газа от 0,04 до 0,08 мБар в течение от
25 0,05 до 5 с, регистрируют спектры излучения при

постоянной температуре образца и по кривым, иллюстрирующим спад изотермической люминесценции с момента прекращения воздействия низкотемпературной плазмы на образец, получают дополнительную информацию
5 о физико-химических реакциях в поверхностном слое твердого тела.

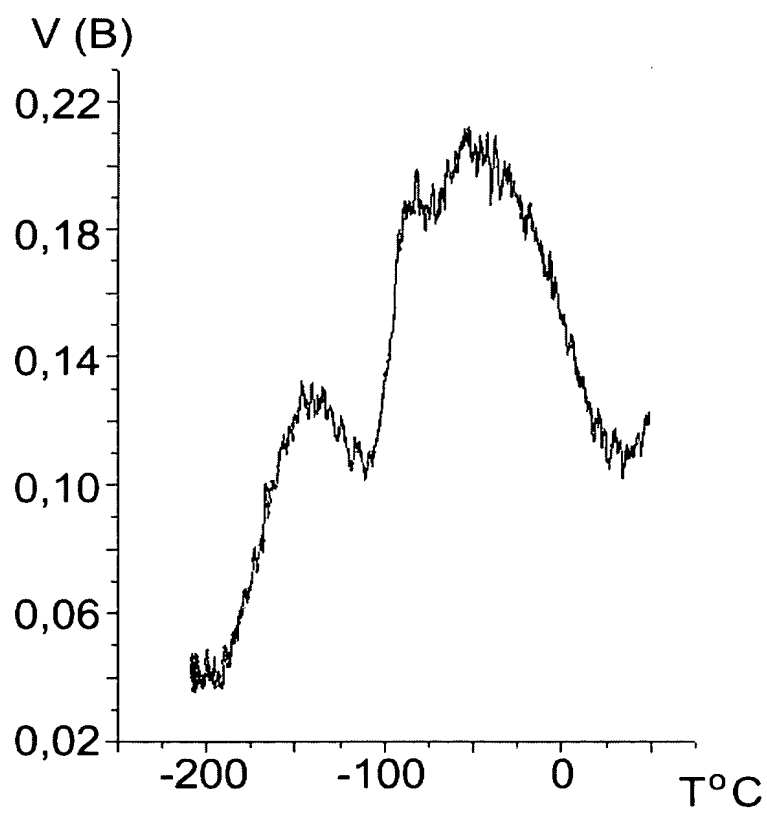
Технический результат - значительно снижается модифицирующее воздействие активирующего излучения, повышается точность и достоверность результатов
10 измерений.



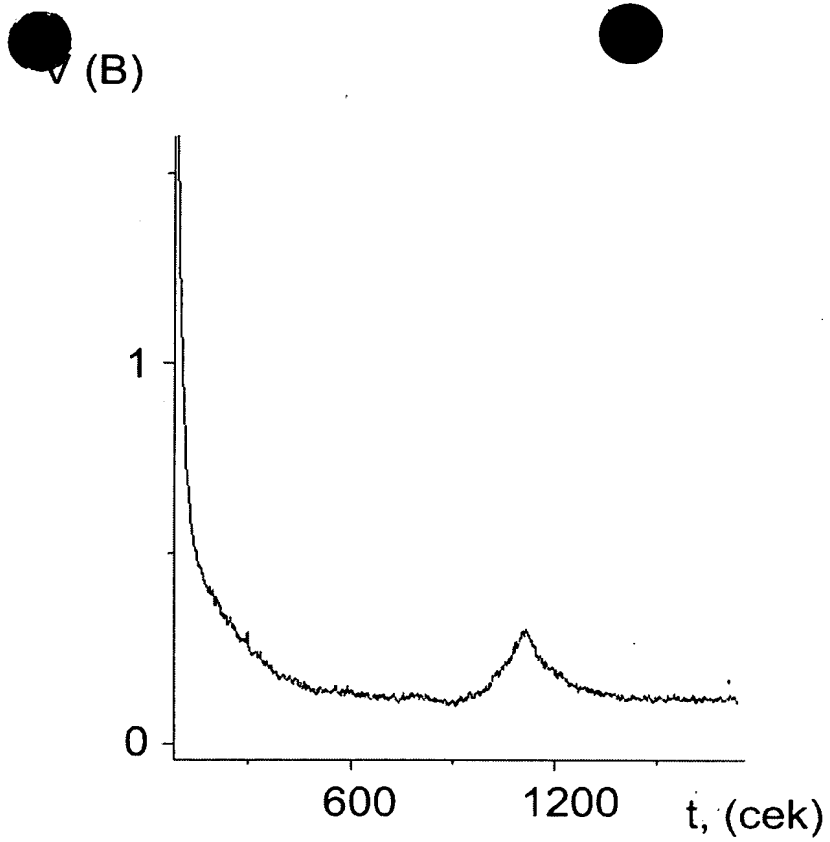
Фиг.1



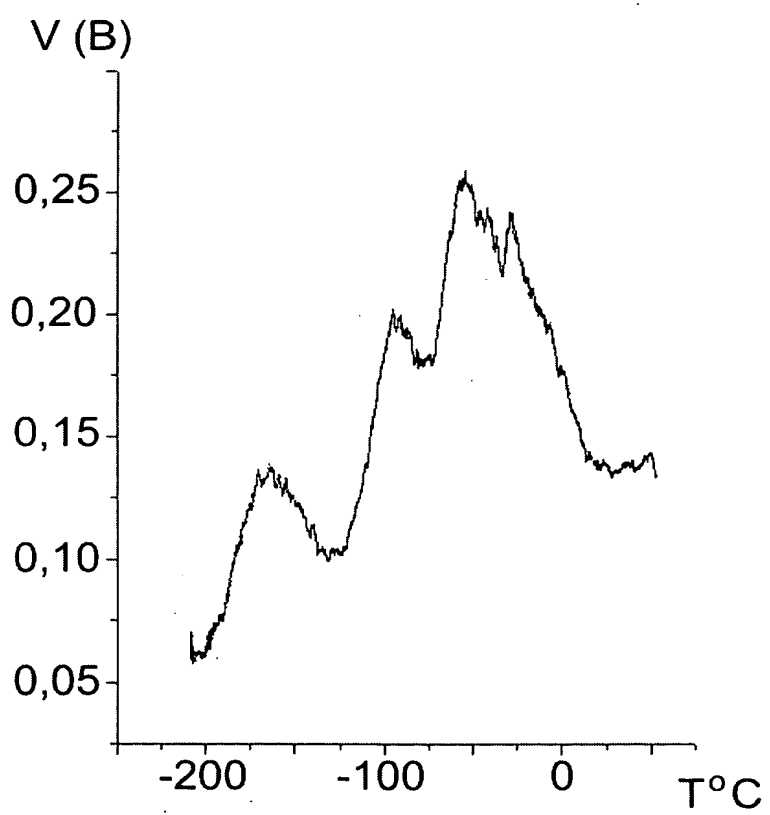
Фиг.2



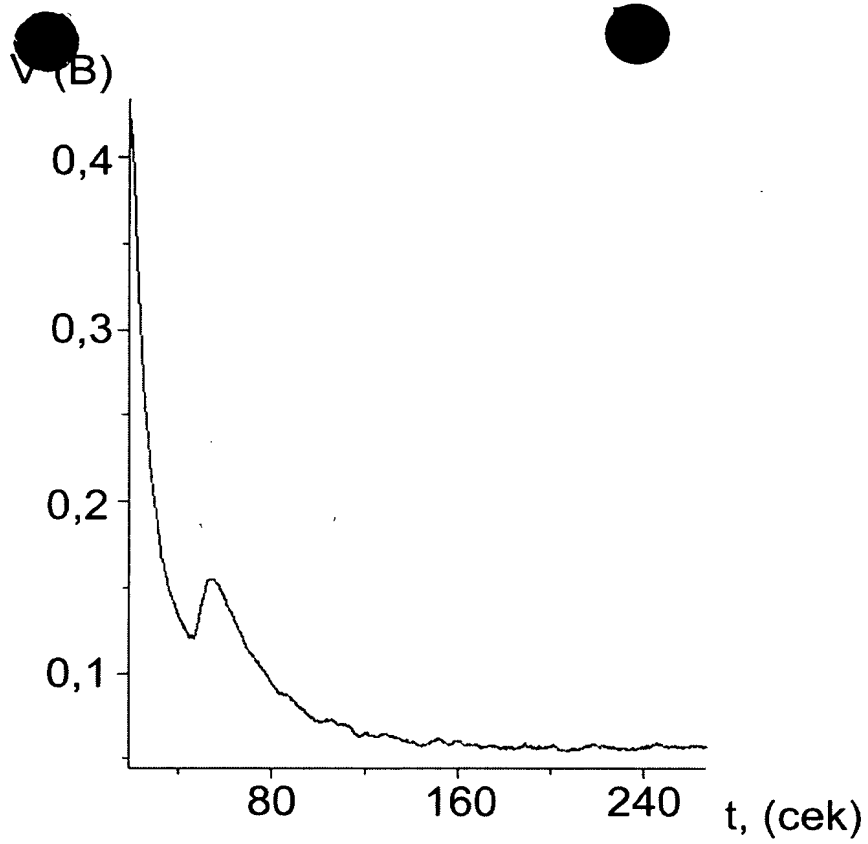
Фиг.3



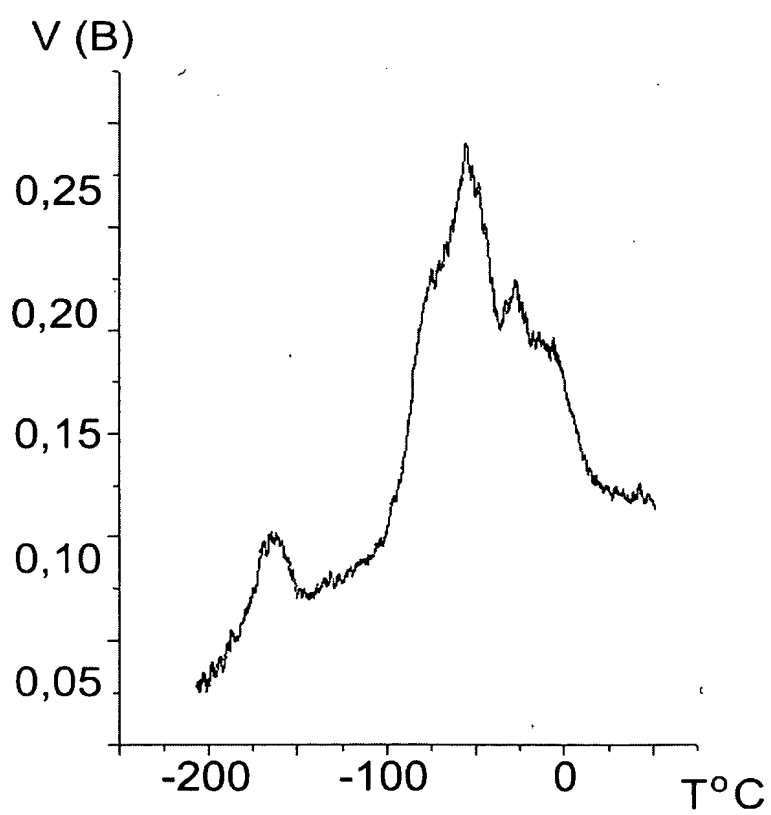
Фиг.4



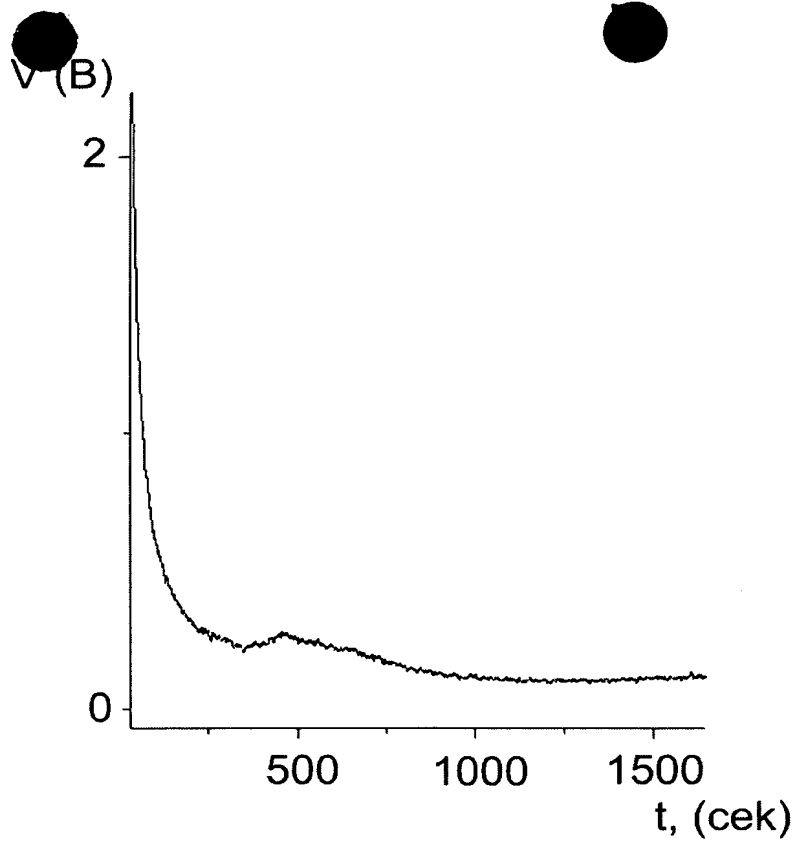
Фиг.5



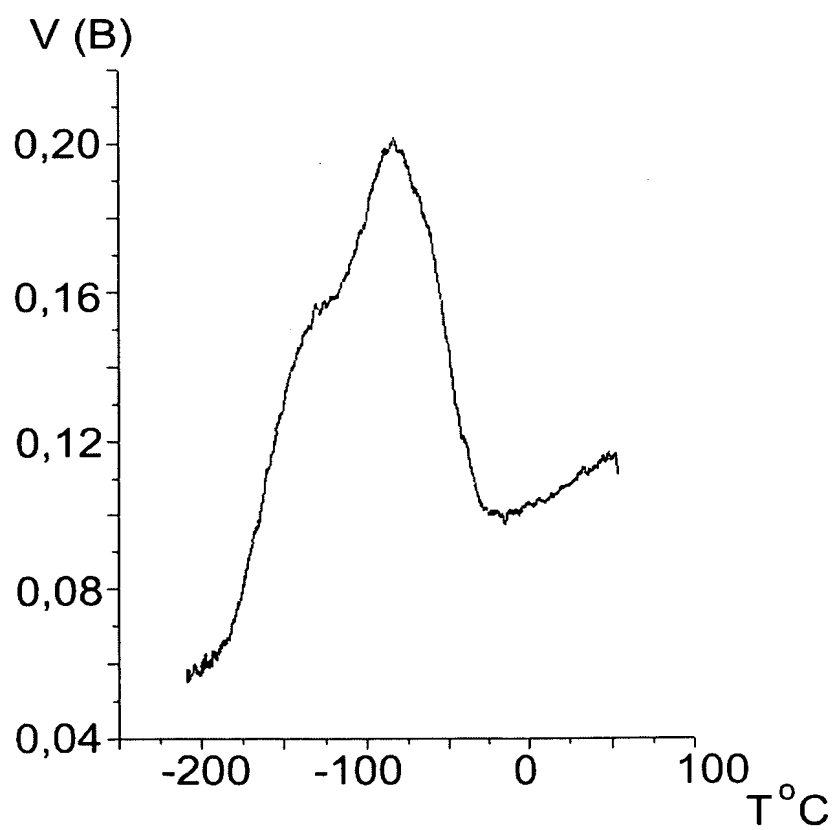
Фиг.6



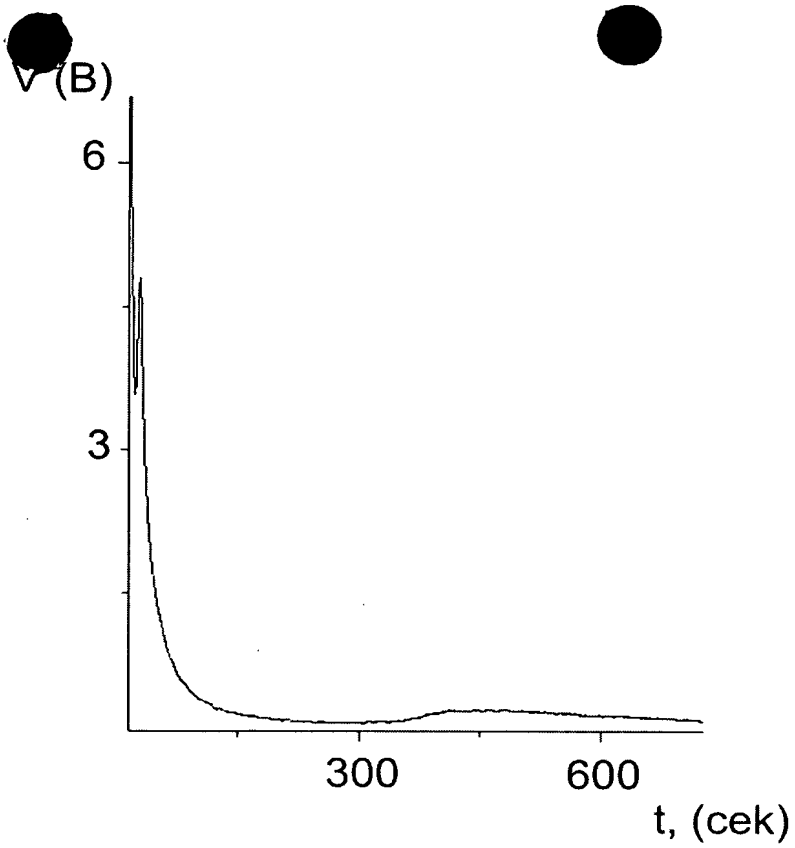
Фиг.7



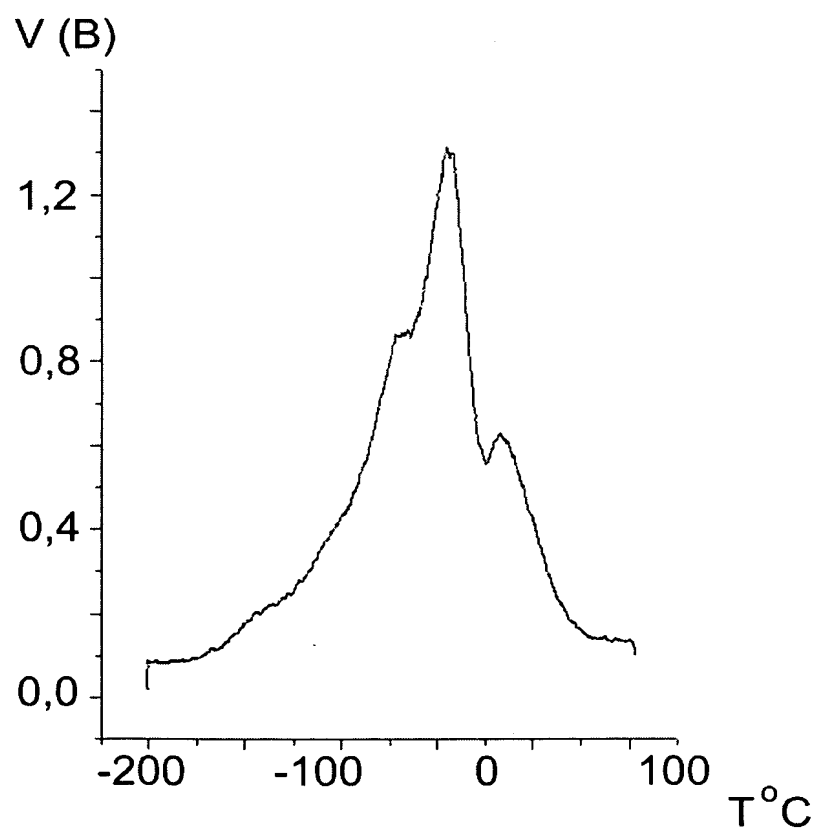
Фиг.8



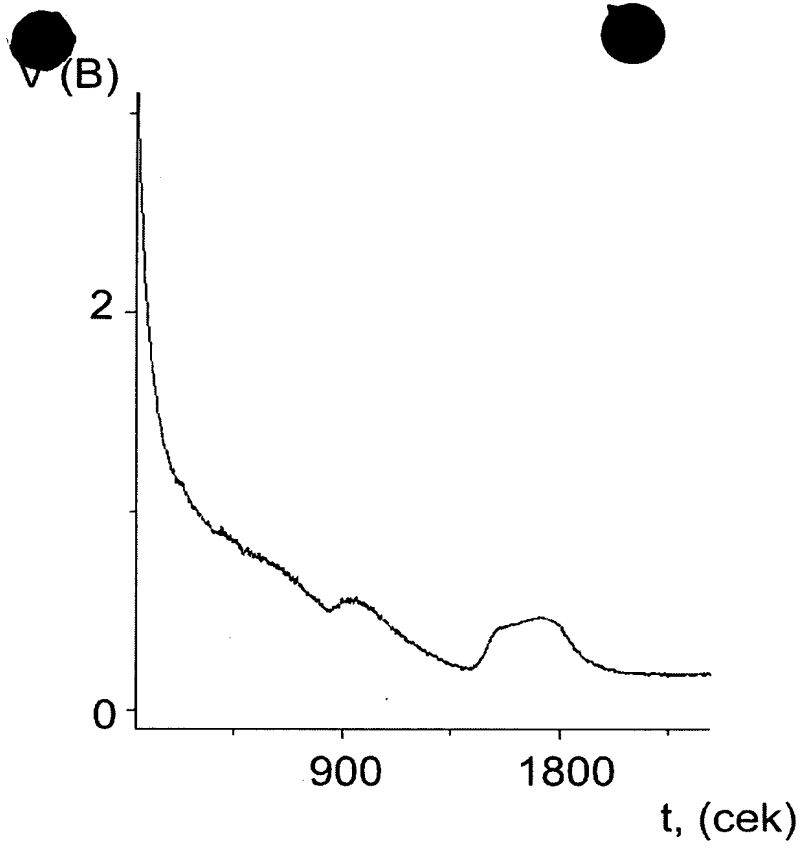
Фиг.9



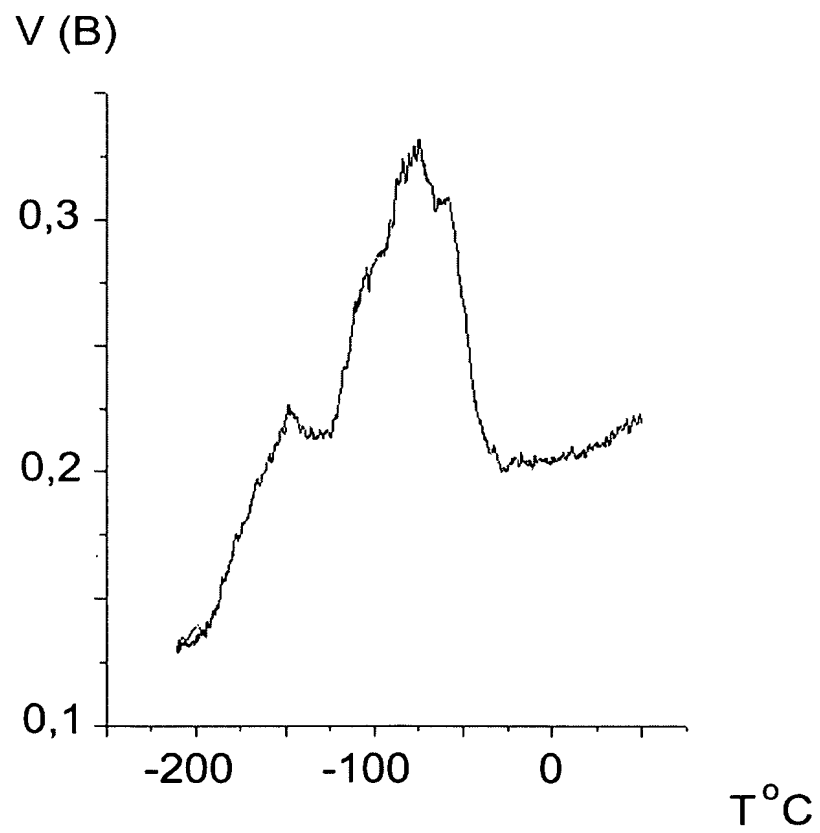
Фиг.10



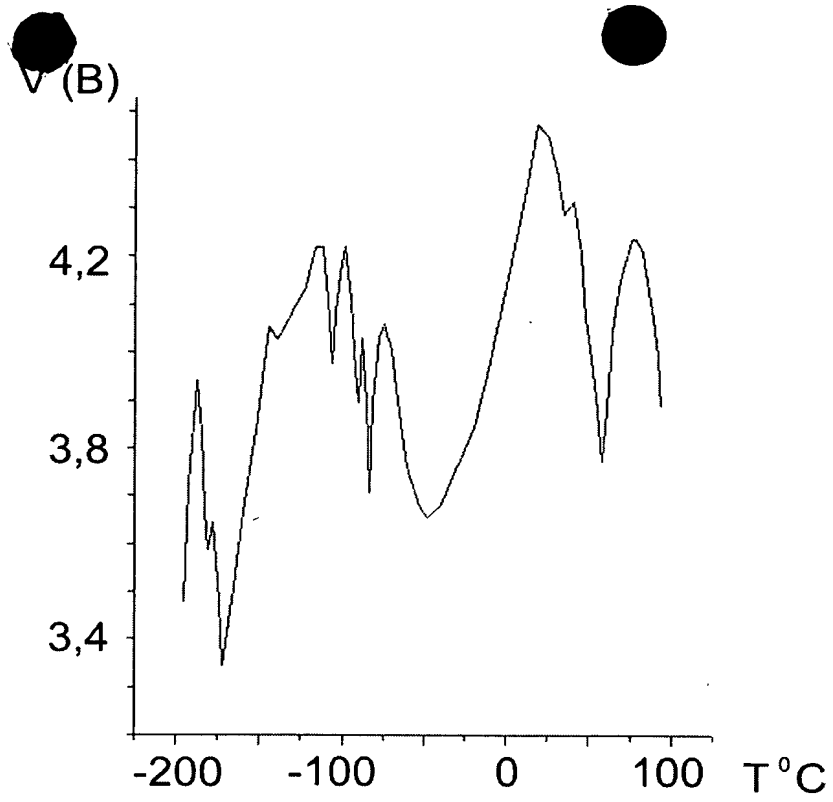
Фиг.11



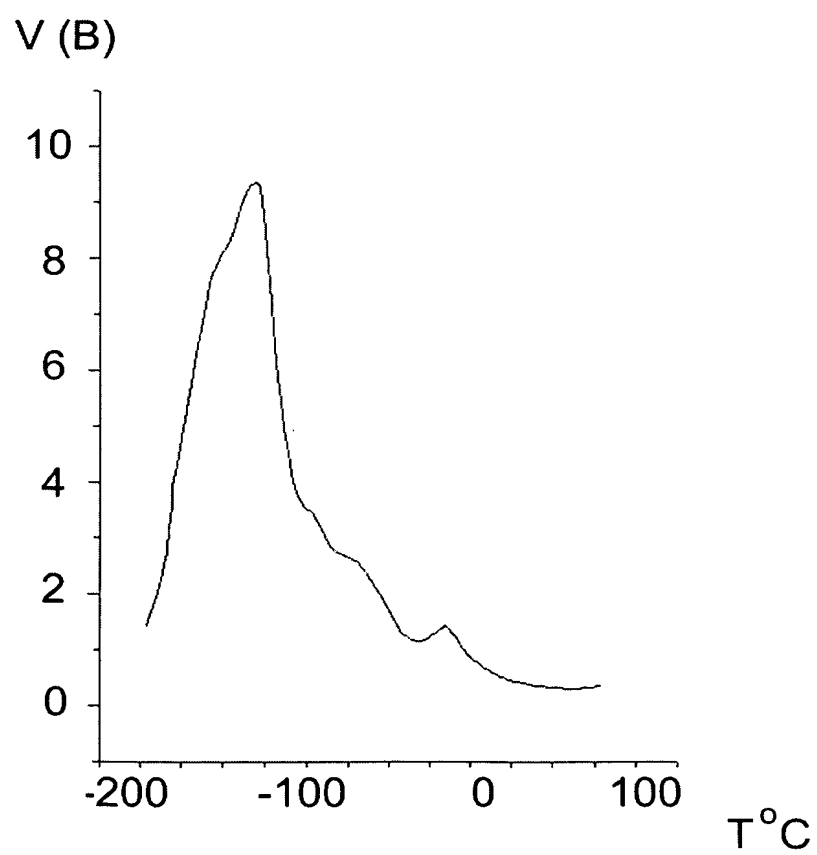
Фиг.12



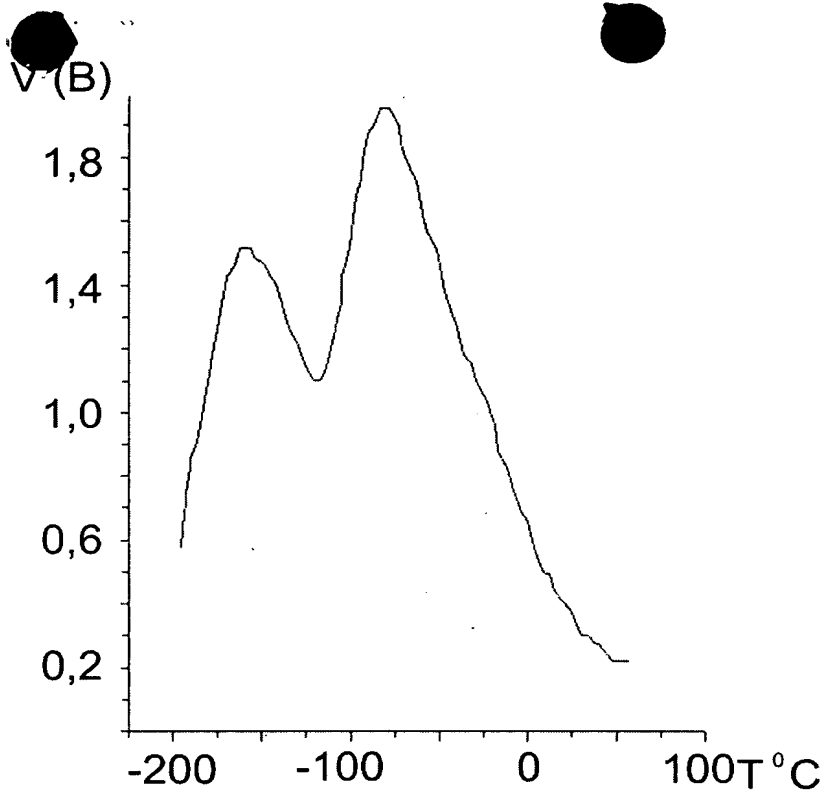
Фиг.13



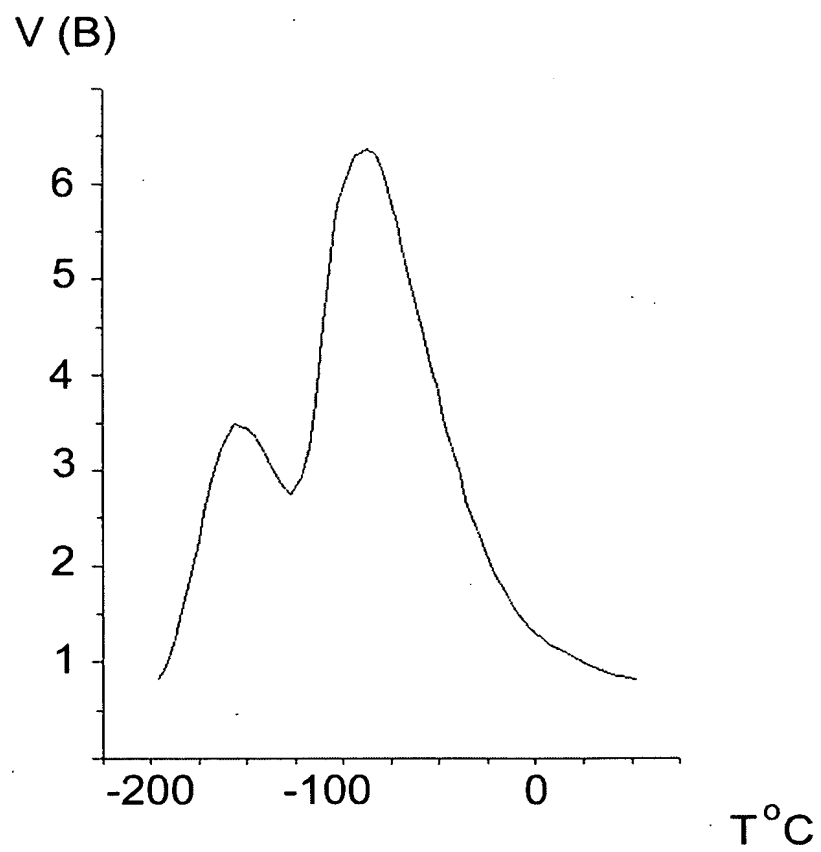
Фиг.14



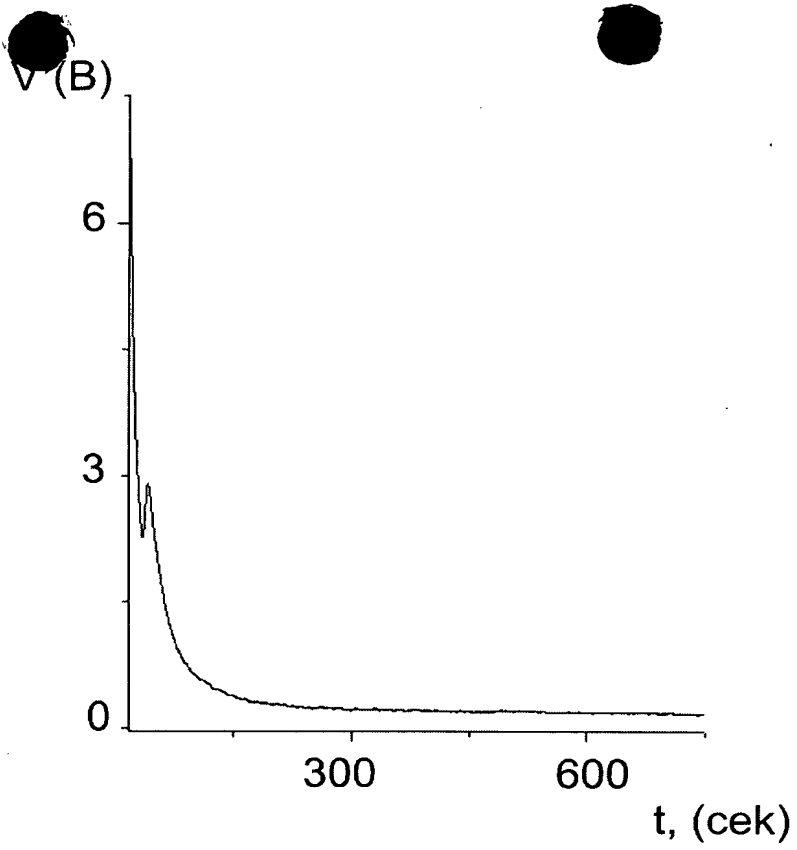
Фиг.15



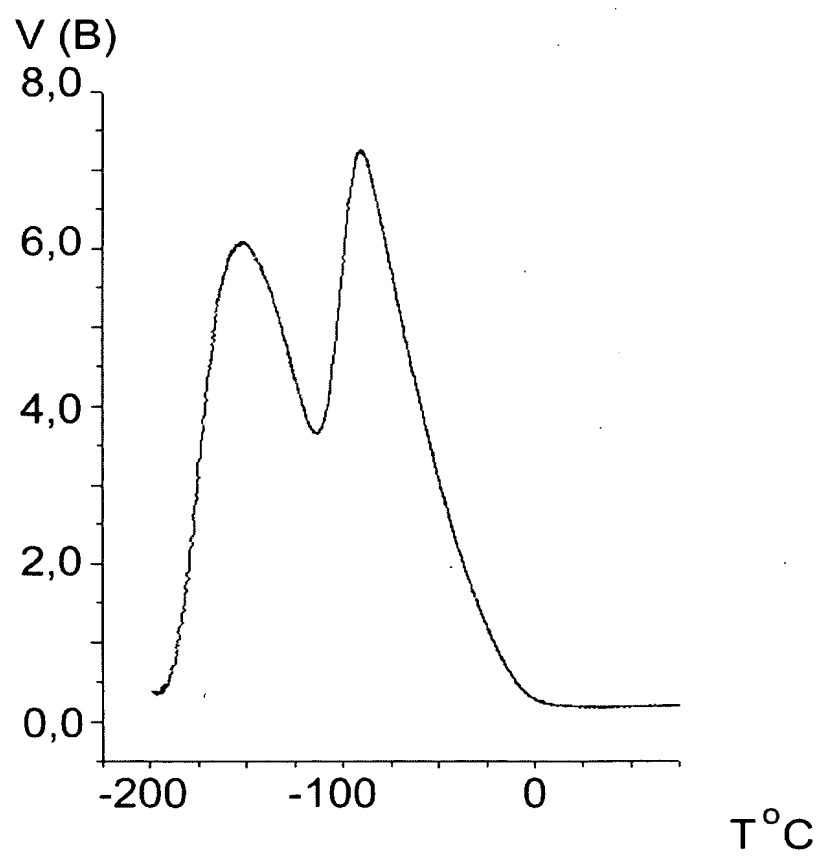
Фиг.16



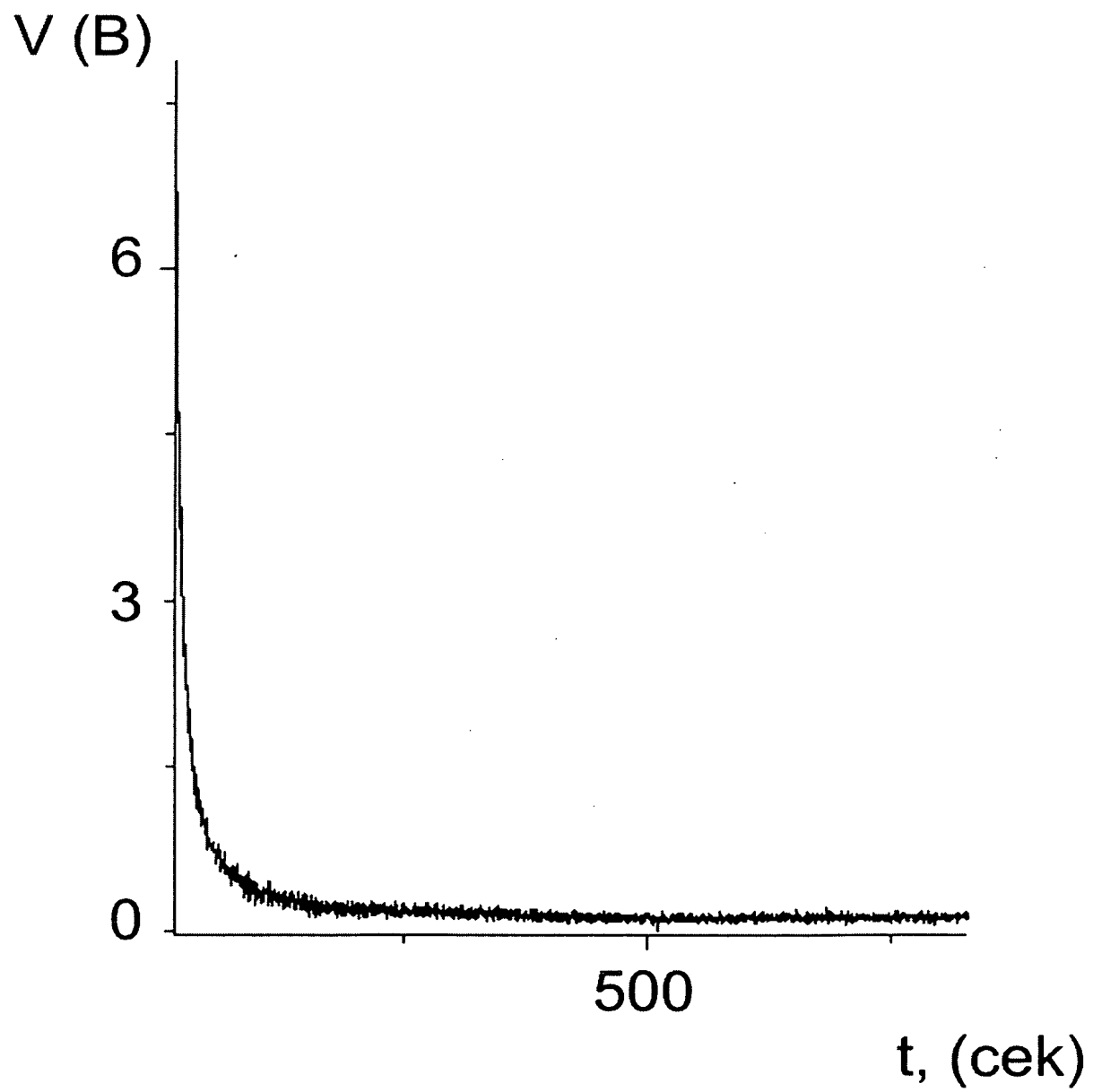
Фиг.17



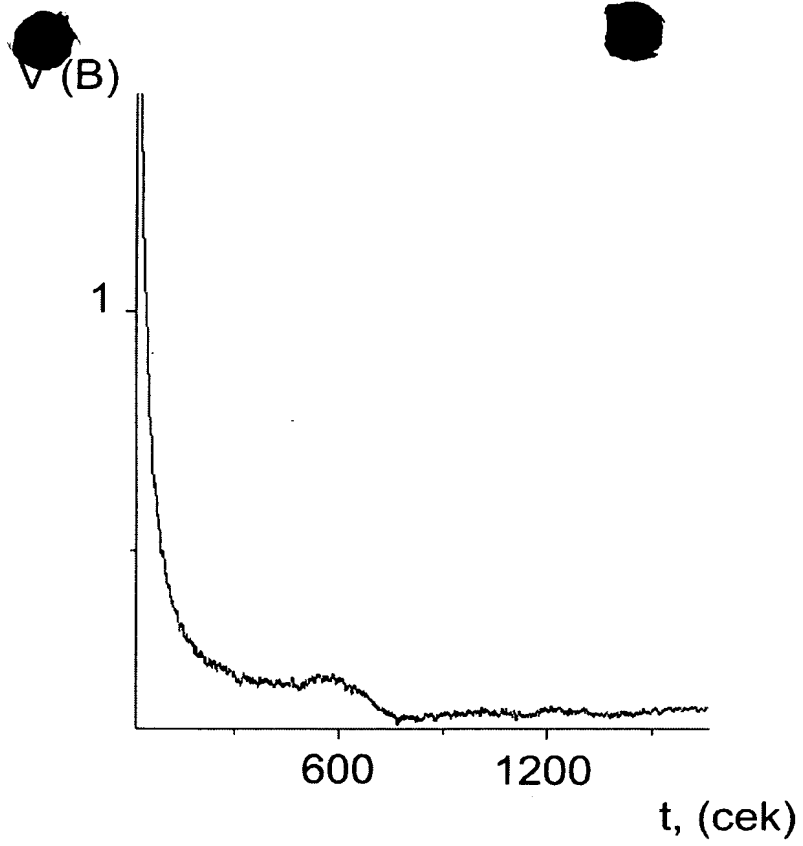
Фиг.18



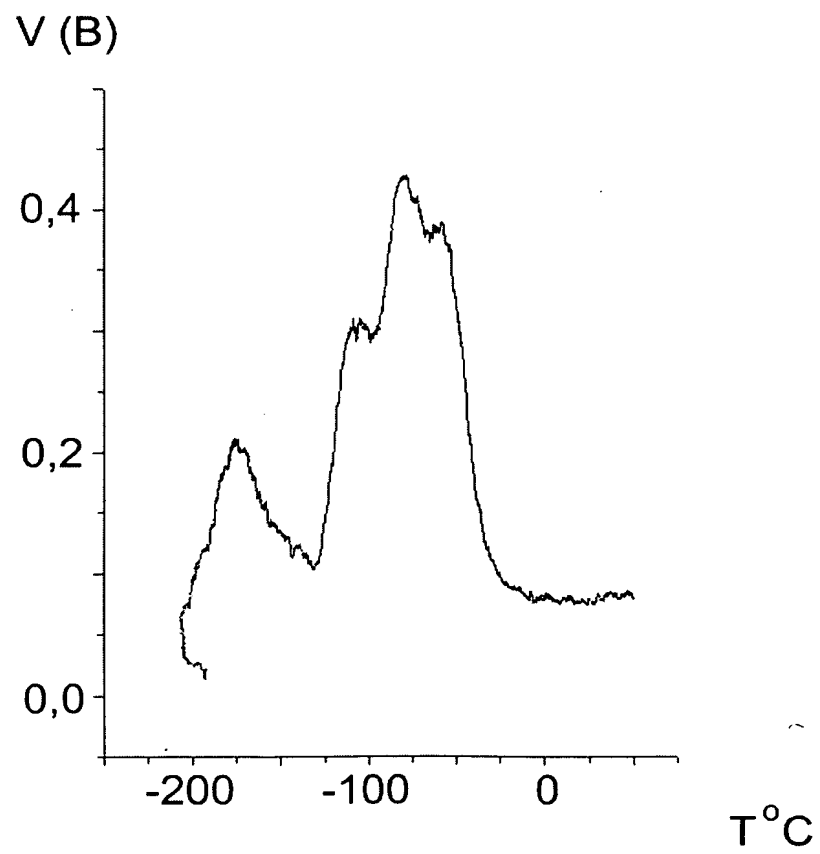
Фиг.19



Фиг.20



Фиг.21



Фиг.22